

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
14 juillet 2005 (14.07.2005)

PCT

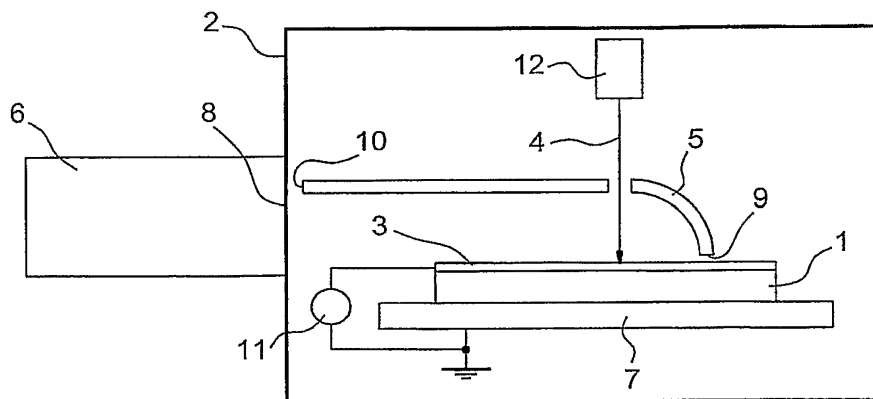
(10) Numéro de publication internationale
WO 2005/064306 A1

- (51) Classification internationale des brevets⁷ : **G01M 11/00**
- (21) Numéro de la demande internationale : **PCT/FR2003/050140**
- (22) Date de dépôt international : **27 novembre 2003 (27.11.2003)**
- (25) Langue de dépôt : **français**
- (26) Langue de publication : **français**
- (71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE [FR/FR]; 31/33, rue de la Fédération, F-75752 Paris 15ème (FR).**
- (72) Inventeurs; et
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **BIGARRE, Janick [FR/FR]; 17 rue Joseph Barat, F-37000 Tours (FR). HOURQUEBIE, Patrick [FR/FR]; 9 Les Magnolias, F-37320 Esvres (FR). DOUCET, Ludovic [FR/FR]; 15 rue des Caves fortes, F-37190 Villaine Les Rochers (FR).**
- (74) Mandataire : **LEHU, Jean; c/o Brevatome, 3, rue du Docteur Lancereaux, F-75008 Paris (FR).**
- (81) États désignés (national) : **AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW,**

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD FOR NON-DSTRUCTIVE MEASUREMENT OR COMPARISON OF A LASER RADIATION CONTENT IN OPTICAL COMPONENTS

(54) Titre : PROCEDES DE MESURE OU DE COMPARAISON NON DESTRUCTIFS DE LA TENUE AU FLUX LASER DE COMPOSANTS OPTIQUES



(57) Abstract: The invention relates to a predictive method for selecting a method for producing an optical component exposable to laser radiation in order to select, amongst several production methods, a method which makes it possible to produce the components having best laser radiation contents. The inventive method consists in a) carrying out an integer number N of cathodoluminescent measures on the components obtained by a first production method when the component receives an electronic beam having a determined energy and focalisation on the surface thereof and a determined intensity controlled by a ground voltage value measured on said component, b) in computing a mean cathodoluminescent value on the basis of N measurements, c) in repeating the operations a) and b) on components obtained by each other production method and d) in deciding that the more advantageous production method is that which ensures the smallest mean cathodoluminescent value.

(57) Abrégé : Procédé prédictif de choix d'un procédé de fabrication d'un composant optique destiné à être soumis à des flux lasers, afin de sélectionner parmi plusieurs procédés de fabrication celui qui produit des composants ayant de meilleures tenues aux flux laser : a) on effectue un nombre entier N de mesures de cathodoluminescence sur des composants obtenus par un premier des procédés de fabrication alors que

[Suite sur la page suivante]



WO 2005/064306 A1



MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale

(84) États désignés (*régional*) : brevet ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

le composant reçoit un faisceau électronique ayant une énergie et une focalisation à la surface du composant déterminées et une intensité déterminée contrôlée par une valeur d'un courant de masse mesurée sur le composant, b) on calcule une valeur moyenne de cathodoluminescence sur les N mesures, c) On recommence les opérations a) et b) sur des composants obtenus par chacun des autres procédés de fabrication, d) on décide que le procédé de fabrication le plus avantageux est celui avec la valeur moyenne de cathodoluminescence la plus faible.

**PROCEDES DE MESURE OU DE COMPARAISON NON DESTRUCTIFS DE
LA TENUE AU FLUX LASER DE COMPOSANTS OPTIQUES**

DESCRIPTION

5 DOMAINE TECHNIQUE

L'invention se situe dans le domaine des procédés de mesure ou de comparaison non destructifs de la tenue au flux laser de composants optiques.

ETAT DE LA TECHNIQUE ANTERIEURE

10 Le passage d'un fort flux laser à travers les composants de la chaîne d'un laser de très forte puissance (verres laser, polariseurs, miroirs, couches minces, cristaux, hublots, etc.), ou plus généralement de tout composant optique, provoque l'apparition de
15 dommages en volume ou en surface des composants qui dégradent progressivement les caractéristiques du faisceau.

 La tenue au flux laser des matériaux constituant des composants optiques est déterminée
20 généralement en effectuant des tirs laser sur un échantillon et en notant la variation de certains paramètres optiques (diffusion, absorption. . .) ou en observant directement l'apparition de dommages microscopiques en volume ou en surface du matériaux.
25 Ces mesures ou observation permettent de déterminer un endommagement éventuel et de déterminer si l'échantillon est apte ou non à supporter un flux laser d'une puissance surfacique déterminée.

 Plusieurs modes de tirs lasers peuvent être
30 utilisés. La norme NF EN ISO 11254 définit deux de ces modes qui sont le plus souvent utilisés. Selon un

premier mode on augmente progressivement la puissance entre deux tirs sur un même point jusqu'à l'apparition d'un dommage. Ce mode présente l'avantage de limiter le nombre de points nécessaires pour obtenir une bonne statistique. Cependant, il génère un phénomène de conditionnement, dont l'origine est mal connue, qui a tendance à majorer la tenue au flux. Selon un second mode on effectue un tir unique par point à une puissance donnée puis on détermine le nombre de sites endommagés. Ceci permet de s'affranchir du phénomène de conditionnement mais demande un plus grand nombre de points de mesures. Le résultat dépend donc de nombreux paramètres (mode de mesure, longueur d'onde du laser, durée de l'impulsion, surface du spot. . .) qui sont parfois difficiles à maîtriser. Malgré la définition de quelques normes internationales, comme par exemple la norme NF EN ISO 11254 pour chacune des deux méthodes mentionnées ci dessus, les résultats de tenue au flux sont difficilement comparables d'un banc de test à l'autre. De plus il convient de bien comprendre qu'il sont toujours donnés en termes probabiliste.

Ces mesures sont destructives puisqu'il faut dépasser le seuil d'endommagement pour déterminer la tenue au flux.

Du fait que la méthode connue est destructrice, la valeur mesurée de la tenue au flux laser n'est la valeur réelle de tenue que si les composants optiques d'une série de production sont suffisamment homogènes entre eux pour que les essais effectués sur un échantillon soient représentatifs de ce que l'on obtient sur le reste des composants de la série. Il peut être nécessaire, par exemple lors de

changement de lots de refaire des mesures de caractérisation.

EXPOSÉ DE L'INVENTION

Les défauts engendrés en sous-couche par
5 les procédés de polissage des composants optiques produisent une baisse notable de la tenue au flux laser en absorbant fortement les photons et en piégeant des électrons et des trous. Ces défauts peuvent être des fissures débouchant à la surface d'incidence, des
10 inclusions métalliques mais également des défauts ponctuels (lacunes d'oxygènes, rupture de liaisons, impuretés atomiques. . .). L'étude de tels défauts ponctuels est très délicate car la couche perturbée est extrêmement fine (de l'ordre de quelques micromètres)
15 et les défauts ne sont pas observables par des techniques de mesures de surface. En détermination d'endommagement laser, quand on parle de la surface, il s'agit de la surface proprement dite et du volume qui se trouve immédiatement sous la surface, jusqu'à une
20 profondeur qui peut atteindre quelques micromètres. La profondeur concernée est elle même une fonction de la densité surfacique de puissance du laser auquel la surface va être soumise.

Le but du procédé selon l'invention est de
25 remédier à ces problèmes de détermination de la tenue au flux d'un composant ayant une surface d'incidence destinée à recevoir un rayonnement, en particulier laser, en effectuant des mesures non destructrices sur ce composant. Les mesures sont représentatives de la
30 résistance du composant à l'endommagement lors de la réception d'un flux laser. Pour cela on étudie directement la surface d'incidence du rayonnement du

composant lui-même et plus particulièrement les défauts qui sont à l'origine de l'apparition des dommages.

La présente invention a donc pour objet un procédé non destructif de vérification d'une tenue au
5 flux laser d'un composant optique, à partir d'une mesure quantitative représentative de la densité des défauts d'une surface d'un matériau, cette surface constituant la surface d'incidence d'un flux laser appliqué au composant. Du fait que la mesure est non
10 destructive, les composants peuvent être testés au besoin sur une base unitaire assurant ainsi une production de qualité. La mesure peut aussi être effectuée sur une base échantillonnée, sur chacun des lots de production selon des techniques statistiques du
15 choix du pourcentage d'échantillons testés, en elles mêmes connues en contrôle qualité. La mesure de tenue n'est pas induite, comme dans l'art antérieur mais mesurée.

Selon l'invention on utilise un faisceau
20 d'électrons d'énergie et d'intensité contrôlées pour exciter localement le matériau et on balaie la surface du composant à étudier avec ce faisceau d'électrons. La profondeur d'excitation dépend de l'énergie du faisceau d'électrons. C'est par ce moyen qu'il est possible de
25 déterminer la répartition des défauts dans l'épaisseur du matériau au voisinage de la surface d'incidence.

Dans la zone excitée, l'interaction entre le faisceau d'électrons et les défauts ponctuels produit, selon un phénomène connu, une luminescence
30 appelée cathodoluminescence, et de piégeage de charges électriques. Ce phénomène est expliqué comme suit. Après une période de forte mobilité, les charges excitées par le faisceau sont piégées au niveau de

défauts ponctuels et produisent dans certains cas le phénomène de cathodoluminescence. Ce piégeage des électrons sur ces défauts crée des centres colorés qui émettent des photons dont la longueur d'onde dépend de la nature du défaut constituant le piège et de l'environnement du centre coloré.

De plus, le piégeage des charges électriques (électrons et trous) induit une variation de courant de masse et de l'émission électronique secondaire. Ceci permet de détecter la présence de défauts qui ne produisent pas de centres colorés et qui ne sont donc pas luminescents. Ce procédé permet également d'obtenir une mesure non destructrice et plus fine. La mesure des courants de masse permet de rendre quantitative la mesure des défauts, car elle permet de contrôler l'intensité du faisceau électronique au moment précis de la mesure.

Selon l'invention on mesure simultanément la cathodoluminescence à l'aide d'un spectromètre optique et le piégeage des charges électriques à partir des courants de masse.

Grâce au couplage des deux types de mesures, courant de masse et cathodoluminescence on contrôle parfaitement les conditions d'excitation du matériau et on prend en compte tous les défauts susceptibles de contribuer à l'apparition d'un dommage lorsque le matériau est soumis à un fort flux laser. Le couplage des deux mesures permet de réaliser des profils quantitatifs des taux de défauts dans les premiers micromètres du matériau ce qui ne peut être réalisé actuellement avec aucune autre technique.

Ainsi l'utilisation du procédé selon l'invention permet par exemple de sélectionner un

procédé de fabrication comme étant a priori meilleur qu'un autre. Cela signifie que l'on peut déterminer que les composants fabriqués selon l'un des procédés auront une probabilité de résister à un flux laser supérieure
5 à celle des composants obtenus par l'autre procédé de fabrication.

Ce procédé peut ainsi être appliqué pour l'optimisation des différentes phases de préparation d'un composant en vue d'améliorer sa tenue au flux :
10 nature et procédé d'élaboration des matériaux, procédé de polissage et traitement de surface, conditionnement, guérison et stabilisation des dommages. . . Il peut également être utilisé pour suivre le vieillissement des composants en vue de leur maintenance préventive.
15 Il peut également être utilisé pour le contrôle de qualité de composants optiques.

Ainsi selon une première application l'invention est relative à un procédé prédictif de choix d'un procédé de fabrication d'un composant
20 optique destinés à être soumis à des flux lasers, le choix étant destiné à sélectionner parmi plusieurs procédés possibles de fabrication celui qui conduit à des composants ayant de meilleures tenues aux flux laser que ceux obtenus par les autres procédés
25 possibles caractérisé en ce que

a) on effectue un nombre entier N de mesures de cathodoluminescence sur des composants obtenus par un premier des procédés possibles de fabrication alors que le composant reçoit un faisceau
30 électronique ayant une énergie déterminée, une focalisation à la surface du composant déterminée et une intensité déterminée contrôlée par une valeur d'un

courant de masse mesurée sur le composant alors qu'il est soumis audit faisceau électronique,

b) on calcule une valeur moyenne de cathodoluminescence sur les N mesures,

5 c) On recommence les opérations a) et b) sur des composants obtenus par chacun des autres procédés possibles de fabrication,

d) on décide que le procédé de fabrication le plus avantageux est celui pour lequel la valeur
10 moyenne de cathodoluminescence est la plus faible.

Selon une variante du procédé, on recommence les étapes a) à c) pour différentes valeurs d'énergie du faisceau électronique, on établit un histogramme des valeurs moyennes de cathodoluminescence
15 pour chacune des énergies,

on prend en compte dans le calcul de la valeur moyenne de cathodoluminescence une intégration des valeurs de cathodoluminescence sur les différentes énergies de faisceaux électroniques.

20 Dans une seconde application l'invention est relative à un procédé de contrôle d'un état d'une surface d'un composant optique destinée à être une surface d'incidence d'un faisceau laser, afin de déterminer si ladite surface a une densité de défaut
25 qui est inférieure à une densité de défaut au delà de laquelle le composant optique est susceptible d'être endommagé par soumission à un flux laser présentant une puissance (densité de flux) au plus égale à un seuil prédéterminé pendant une durée maximum prédéterminée,
30 caractérisé en ce que

a) On réalise des échantillons dudit composant optique par un même procédé de fabrication, en particulier en ce qui concerne l'état de ladite

surface d'incidence et on les sépare en premiers et seconds échantillons,

b) dans une phase préalable d'étalonnage, on établit sur les premiers échantillons, une
5 corrélation entre valeurs de cathodoluminescence obtenues dans des conditions de tirs électroniques déterminée, et tenue au flux laser des premiers échantillons, cette corrélation permettant de
10 déterminer un ou plusieurs seuils de cathodoluminescence, chaque seuil correspondant à des conditions de tenue des premiers échantillons au flux laser, un composant présentant une valeur de cathodoluminescence inférieure à l'un des seuils étant
15 acceptable pour les conditions de tenue ayant conduit à ce seuil, et rebuté pour ces conditions dans le cas contraire,

c) On mesure la valeur de cathodoluminescence produite sur un second échantillon par des tirs électroniques effectués dans les mêmes
20 conditions qu'à l'étape b), on accepte le composant pour toutes les conditions de tenue correspondant à des seuils supérieurs à la valeur mesurée, on le rebute pour toutes les conditions de tenue correspondant à des seuils inférieurs à la valeur mesurée.

25 d) on recommence l'étape c) sur d'autres seconds échantillons sur une base unitaire ou par échantillonnage.

BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS

L'invention sera maintenant décrite à
30 l'aide des dessins annexés dans lesquels

La Figure 1 représente un exemple de dispositif permettant d'obtenir simultanément des

mesures de cathodoluminescence, de courant d'émission électronique secondaire et de courant de masse.

La Figure 2 représente un exemple de spectre de cathodoluminescence,

5 Les Figures 3 et 4 sont des graphiques qui donnent la valeur de cathodoluminescence et donc de la densité des défauts correspondant aux longueurs d'onde 650 et 550 nm respectivement, en fonction de la profondeur pour les échantillons 1 et 2. Les courbes
10 correspondant à l'échantillon 1 et à l'échantillon 2 sont en trait continu et en pointillés respectivement.

La figure 5 représente une droite de corrélation entre la tenue au flux laser d'un composant représenté en abscisse et la valeur de
15 cathodoluminescence obtenue dans des conditions de tirs électroniques déterminées représentée en ordonnée.

EXPOSÉ DÉTAILLÉ DE MODES DE RÉALISATION PARTICULIERS

En liaison avec la figure 1, un dispositif
20 selon l'invention comporte une enceinte à vide 2 constituant la chambre de mesure. Un canon à électrons 12 muni de moyens de contrôle de la direction d'émission du faisceaux, en eux mêmes connus est logé à l'intérieur de l'enceinte à vide 2. Il peut s'agir par
25 exemple d'un microscope 12 électronique à balayage ou de tout autre dispositif possédant un canon à électrons. Un porte échantillon métallique 7 relié à la masse est disposé dans l'enceinte à vide 2 de telle sorte qu'il peut recevoir un faisceau d'électron 4 émis
30 par le canon à électrons 12. L'enceinte à vide 2 contient aussi un dispositif 5 permettant à des photons émis par un composant disposé sur le porte échantillon

7 de traverser une paroi 8 de l'enceinte à vide 2. Il peut s'agir par exemple d'un guide optique ayant une première extrémité 9 commandée par des moyens de balayage et une seconde extrémité face à la paroi 8. Le
5 dispositif selon l'invention est complété par un spectromètre optique 6 fonctionnant notamment dans l'UV et le visible entre 180 et 1000 nm. Le spectromètre optique 6 est disposé de façon à recevoir le rayonnement en provenance de la seconde extrémité 10 du
10 guide optique 5. Enfin un galvanomètre 11 connecté d'une part à la masse et ayant un autre terminal raccordable à une surface conductrice d'un composant à mesurer complète le dispositif de mesure.

Le fonctionnement est le suivant.

15 La surface de l'échantillon est de préférence métallisée à l'aide d'un dépôt conducteur 3, par exemple de l'or, relié à la masse de manière à éliminer les charges superficielles. Ce dépôt conducteur 3 est destiné à permettre le déplacement des
20 charges et donc la mesure du courant de déplacement par le galvanomètre 11. Le dépôt conducteur 3 n'est pas indispensable. Le matériau peut également être étudié non métallisé. Dans ce cas, on mesure une valeur représentative des charges piégées en mesurant un
25 courant image dans le support métallique 7. Dans ce cas, il faut tenir compte de l'effet des charges qui diminue progressivement le potentiel de surface sous le faisceau. Si l'échantillon n'est pas métallisé, il est possible également d'utiliser une pression de quelques
30 Pascals dans l'enceinte à vide de manière à neutraliser les charges de surface et éviter l'effet de charge.

On excite un volume à proximité de la surface d'incidence du composant ou d'un matériau à

inclure dans le composant en injectant des électrons à l'aide du faisceau 4 produit par le canon 12. L'énergie, l'intensité et la focalisation de ce faisceau sont contrôlées. Pour que le procédé soit non destructif, il est nécessaire que le faisceau d'électrons ne crée pas de défauts supplémentaires. Pour cela, la densité de courant et la dose d'électrons introduite doivent être suffisamment faibles. La durée d'excitation doit être contrôlée de manière précise afin de maîtriser la quantité d'électrons injectés dans le matériau. Une mesure initiale des courants de masse permet de connaître parfaitement l'intensité du faisceau. Il est nécessaire de disposer d'un moyen précis de contrôle de la surface irradiée, c'est à dire de la focalisation du faisceau électronique, de manière à maîtriser la densité de courant. Ceci permet d'obtenir des mesures quantitatives et reproductibles.

Pendant l'injection des électrons, les photons émis sont recueillis par le dispositif 5 permettant aux photons de traverser la paroi 8 de la chambre 2. Les émissions photoniques sont envoyées sur un capteur photonique transformant les photons reçus en une valeur de charge ou de courant. Simultanément, le courant de masse est mesuré au niveau du porte échantillon 7 métallique relié à la masse.

En fin de mesure, on dispose pour chaque point de mesure sur le matériau, d'une valeur de l'émission photonique globale, et d'une valeur du courant de masse. La valeur du courant de masse est destinée à rétroagir sur le canon à électrons de façon à garder constante et reproductible pendant toute la durée des mesures l'intensité du faisceau électronique.

Un premier exemple d'emploi du procédé

selon l'invention concerne l'effet du polissage sur la répartition des défauts dans l'épaisseur.

Deux échantillons de silice naturelle fondue ont été polis avec le même procédé de polissage. Le premier (échantillon 1) a été laissé tel quel et le second (échantillon 2) a subi une abrasion ionique supplémentaire de quelques micromètres. Ils ont été métallisés à l'aide d'un dépôt d'or. Des mesures de cathodoluminescence ont été réalisées à différentes énergies de faisceau. Chaque valeur correspond à une moyenne de cinq mesures réalisées sur des zones différentes.

La Figure 2 donne un spectre caractéristique de la cathodoluminescence de l'échantillon 1. On note la présence de quatre pics que l'on peut associer à trois types de défauts dans le matériau de l'échantillon 1. Les pics de cathodoluminescence sont à des longueurs d'ondes de 280, 450, 550, et le pic plus élevé à 650 nanomètres.

Les Figures 3 et 4 donnent la répartition des défauts correspondant aux longueurs d'onde 650 et 550 nm respectivement, en fonction de la profondeur pour les échantillons 1 et 2.

Il est connu que la profondeur maximale de pénétration des électrons peut être calculée à l'aide d'une loi empirique :

$$\text{Pour une énergie } E_0 < 10 \text{ keV} \quad R = 90 \rho^{0,8} E_0^{13} \quad (1)$$

$$\text{Pour une énergie } E_0 > 10 \text{ keV} \quad R = 45 \rho^{0,9} E_0^{17} \quad (2)$$

Dans les formules (1) et (2) ci dessus R est la profondeur de pénétration et ρ est la densité du matériau étudié. On voit ainsi que la profondeur de pénétration pourra être réglée en ajustant l'énergie du faisceau électronique. Cette énergie du faisceau

électronique est ainsi représentative de la profondeur de la couche superficielle étudiée.

On note que le traitement supplémentaire d'abrasion ionique subie par l'échantillon 2, a permis
5 de diminuer la densité des défauts qui avaient été générés près de la surface par le polissage.

Ceci se traduit par le fait que dans la figure 3, qui mesure la densité de défaut produisant un rayonnement important à une longueur d'onde de 650 nm,
10 le courant de cathodoluminescence de l'échantillon 1 représenté par une courbe en trait continu se situe à une valeur plus élevée que celle de l'échantillon 2 représentée par une courbe en pointillés, pour des énergies du faisceau électronique correspondant à des
15 profondeurs de sondage des défauts comprises entre environ 0,8 et 3 μm . Pour les profondeurs supérieures à 3 μm , les densités de défaut produisant la cathodoluminescence de 650 nm sont sensiblement les mêmes. Il en va de même sur la figure 4 pour les
20 défauts produisant un rayonnement important à une longueur d'onde de 550 nm

Le procédé selon l'invention permet donc de mesurer l'effet du polissage et des traitements de post polissage sur la densité de défauts en sous couche et
25 ainsi d'optimiser les procédés de polissage de manière à diminuer la densité de défauts générés. Il s'agit dans ce premier exemple d'application du procédé selon l'invention, de mesures prédictives de la tenue au flux laser. Ces mesures permettent de décider, sans avoir à
30 effectuer de tirs laser et sans détruire les échantillons qu'un mode de réalisation est meilleur qu'un autre.

Un deuxième exemple d'application du

procédé selon l'invention est relatif à l'établissement d'une corrélation entre l'intensité de cathodoluminescence et la tenue au flux laser.

5 Trois échantillons de silice naturelle fondue ont été réalisés. Chaque échantillon correspond à une qualité de polissage différente qui conduit à des tenues au flux a priori différente. Les valeurs de tenue au flux de chaque échantillon ont été déterminées par une technique destructive en effectuant des tirs
10 laser. Ces mesures ont été effectuées selon des techniques connues.

Les échantillons ont ensuite été métallisés à l'aide d'un dépôt d'or. Des mesures de cathodoluminescence ont ensuite été effectuées comme
15 indiqué plus haut. Chaque valeur de cathodoluminescence correspond à une moyenne de cinq mesures réalisées sur des zones différentes.

L'évolution de l'intensité de cathodoluminescence en fonction de la tenue au flux
20 mesurée par endommagement laser est représentée sur la figure 5. Il s'agit d'une droite de pente négative. On voit que la tenue au flux est inversement proportionnelle à l'intensité de cathodoluminescence avec un bon coefficient de corrélation.

25 Un troisième mode de réalisation de l'invention sera maintenant décrit.

Dans ce mode le procédé selon l'invention est utilisé pour un contrôle de qualité d'une production d'un composant optique en particulier d'un
30 état d'une surface de ce composant. Cette surface est destinée à être une surface d'incidence d'un faisceau laser. Il s'agit de déterminer si ladite surface a une densité de défaut qui est inférieure à une densité de

défaut au delà de laquelle le composant optique est susceptible d'être endommagé par soumission à un flux laser présentant une puissance (densité de flux) au plus égale à un seuil prédéterminé pendant une durée maximum prédéterminée. Lorsqu'on dit susceptible d'être endommagée, cela signifie avec une probabilité supérieure à un seuil donné. Lorsqu'on dit pendant une durée maximum prédéterminée il peut s'agir aussi d'un nombre prédéterminé d'impulsions laser.

10 Selon ce mode de réalisation du procédé, on réalise un ensemble d'échantillons que l'on sépare en une première série d'échantillons qui serviront d'étalons et en une seconde série qui seront les composants de production. On soumet les premiers
15 échantillons à des tirs laser, puis à des mesures de cathodoluminescence de façon à établir une corrélation entre la tenue à l'endommagement laser et la valeur de la cathodoluminescence. Cette première série d'échantillons est destinée à être sacrifiée
20 puisqu'elle aura subi des dommages. Cette corrélation permet de définir une valeur seuil de cathodoluminescence en dessous de laquelle les composants sont acceptables et au dessus de laquelle ils doivent être rebutés. On effectue ensuite sur la
25 seconde série d'échantillons destinés à la production des mesures de cathodoluminescence permettant de vérifier si l'échantillon doit ou non être rebuté.

La première étape du procédé qui consiste à établir une corrélation entre une valeur seuil de
30 cathodoluminescence et une valeur de tenue au flux peut être effectuée des différentes manières connues. L'essentiel au cours de cette étape préalable est que

l'on arrive à corréler une valeur seuil de densité de défaut et une valeur de cathodoluminescence.

Il va être décrit ci-après des manières et variantes de ces manières de réaliser l'étape préalable
5 de corrélation, dans lesquelles sont réalisés des tirs lasers et des tirs de faisceaux électroniques pour mesurer la cathodoluminescence.

Les échantillons sont en général réalisés sur une galette de l'ordre d'une dizaine de cm de
10 diamètre. Une pluralité de tirs lasers à des puissances différentes les unes des autres sont effectués en des zones espacées l'une de l'autre par exemple de 3 mm. Chaque zone de tir a un diamètre de l'ordre d'un ou quelques μm . Les zones de tirs laser et des zones sans
15 tirs laser sont examinées pour déterminer des paramètres permettant de déterminer de façon en elle même connue une densité de défauts. En particulier il est examiné s'il y a ou non un endommagement rendant la zone examinée inapte à l'emploi prévu. Les tirs laser
20 peuvent être effectués selon l'une ou l'autre des méthodes décrites ci-dessus en relation avec l'art antérieur. Les valeurs de puissance et la densité de défaut sur les zones n'ayant pas subi de tir et sur les zones ayant subi les tirs lasers sont enregistrées.

25 On métallise ensuite le matériau pour effectuer, comme indiqué plus haut, des mesures de cathodoluminescence sur des zones n'ayant pas été soumises aux tirs laser et sur les zones endommagées ayant été soumises à des tirs laser. Les mesures de
30 cathodoluminescence sont effectuées pour une même énergie du faisceau électronique, et pour une même intensité contrôlée par la valeur du courant de masse.

Selon une première manière de réaliser la corrélation entre l'endommagement et la valeur de cathodoluminescence on trace la droite corrélant, l'énergie de cathodoluminescence et la densité de défaut. Cette droite de corrélation est semblable à
5 celle représentée figure 5.

En fonction des valeurs de densité de défauts quantifiées par des valeurs de cathodoluminescence, on décide d'une valeur de densité
10 de défauts inacceptable au delà de laquelle le composant présentant une densité de défaut et donc une valeur mesurée de cathodoluminescence supérieure à une valeur seuil sera rebuté.

Ainsi selon ce mode de réalisation du
15 procédé,

On réalise des échantillons d'un composant optique par un même procédé de fabrication, en particulier en ce qui concerne l'état de la surface d'incidence,

20 On détermine sur des zones de premiers échantillons ayant été soumis à des tirs laser de puissances différentes les unes des autres et sur des zones n'ayant pas été soumises à des tirs, des densités de défauts,

25 On effectue sur des zones ayant été soumises aux tirs lasers et sur des zones n'y ayant pas été soumises, des tirs de faisceaux électroniques d'intensité contrôlées par une mesure du courant de masse, les différents tirs électroniques ayant une même
30 énergie électronique et une même intensité, et l'on mesure les valeurs de cathodoluminescence,

On trace une droite corrélant la densité de défaut et la valeur de cathodoluminescence,

On détermine à l'aide de la droite et des effets des densités de défauts sur l'aptitude du composant à tenir aux flux laser auxquels il doit être soumis, un seuil ou plusieurs seuils de défaut et
5 corrélativement des seuils de cathodoluminescence au delà duquel le composant doit être rebuté pour une application donnée.

Selon une variante de la première manière de réalisation de la phase préalable de détermination
10 d'une valeur seuil de cathodoluminescence, on détermine en outre une valeur d'énergie du faisceau électronique qui sera la plus appropriée pour effectuer les mesures.

Il a été vu plus haut que les inventeurs ont déterminé qu'il existait une relation linéaire
15 entre la valeur de cathodoluminescence, elle même représentative de la densité de défaut, et la tenue au flux laser. Un exemple d'une telle relation est montrée sur le graphique déjà commenté de la figure 5. On voit sur ce graphique que la tenue au flux laser, portée en
20 abscisse décroît proportionnellement à la valeur de la cathodoluminescence portée en ordonnée. Ce graphique est tracé pour une profondeur donnée, pour un matériau donné. Il a également été vu plus haut qu'il existe une relation entre l'énergie du faisceau électronique et la
25 profondeur d'investigation des défauts. De ce fait, pour différentes énergies du faisceau électronique, les conditions d'intensité du faisceau et de focalisation sur le matériau étant par ailleurs identiques, on obtient différentes droites, chacune ayant une pente.
30 Selon cette variante de réalisation, on répète les mesures de cathodoluminescence ayant conduit à la corrélation linéaire entre la densité de défaut et la valeur de cathodoluminescence. On obtient ainsi

plusieurs droites de corrélation, chacune correspondant à une énergie du faisceau électronique. Selon cette variante, on détermine la valeur seuil à partir de la droite de corrélation correspondant à l'énergie de faisceau électronique pour laquelle la pente permet une
5 bonne discrimination de la tenue au flux en fonction de la densité de défauts. Il s'agit de la droite de plus forte pente, en valeur absolue de pente, la valeur de la pente étant négative.

10 Une seconde manière de réaliser l'étape préalable de corrélation entre une valeur seuil de cathodoluminescence et une valeur seuil supérieure de densité de défaut acceptable, sera maintenant décrite.

b21) On soumet la surface d'incidence des
15 premiers échantillons dudit composant optique pris parmi les échantillons réalisés à l'étape a) à un tir d'un faisceaux électronique ayant une énergie et une intensité connues, l'intensité étant contrôlée par une mesure du courant de masse dudit échantillon soumis au
20 tir dudit faisceaux électronique,

b22) Pendant que chacun desdits composants optiques est soumis au tir du faisceau électronique on mesure, outre le courant de masse pour l'appliquer au contrôle instantané de l'intensité du faisceau
25 électronique, l'intensité de cathodoluminescence dudit composant optique,

b23) On enregistre pour chacun des échantillons traités par un faisceau électronique de même énergie et même intensité la valeur de l'intensité
30 de cathodoluminescence,

b24) On classe les premiers échantillons par ordre croissant de densité de défauts, les échantillons ayant le moins de défauts étant ceux pour

lesquels la valeur de l'intensité de cathodoluminescence est la plus faible,

5 b25) On soumet les premiers échantillons à des flux laser ayant la puissance maximum seuil pour laquelle les composants sont prévus, et pour une durée égale à la durée maximum pendant laquelle les composants optiques doivent recevoir ce flux sans subir de dommage,

10 b26) on relève les N intensités de cathodoluminescence les plus élevées des composants soumis au flux à l'étape b25) et qui n'ont pas subi de dommages inacceptables et on décide qu'une intensité de cathodoluminescence maximum calculée à partir d'une combinaison linéaire de ces N intensités de
15 cathodoluminescence est l'intensité de cathodoluminescence maximum mesurée acceptable pour lesdits composants optiques.

Dans un mode de réalisation permettant un tri sélectif des composants en fonction de différents
20 usages du composant, on détermine plusieurs seuils de cathodoluminescence. Ainsi un premier seuil, le plus petit de valeur de cathodoluminescence correspond à des composants ayant la densité de défaut la plus petite. Les composants ayant une valeur de cathodoluminescence
25 inférieure à ce premier seuil pourront être classés dans une première catégorie de qualité. Les composants ayant une valeur de cathodoluminescence supérieure à ce premier seuil mais inférieure à un second seuil pourront être classés dans une seconde catégorie et
30 ainsi de suite jusqu'à un nombre entier P de catégories de qualités de composant.

Il convient de noter que chacun des ensembles de mesures permettant de déterminer un point

dans l'espace - énergie de cathodoluminescence, tenue au flux - est effectué sur un grand nombre de points du matériau, les points de l'espace étant ainsi représentatifs de valeurs moyennes.

5 Un traitement statistique est ensuite effectué pour déterminer une valeur moyenne de puissance pour laquelle on a une probabilité d'endommagement supérieure à un seuil prédéterminé. Ainsi lorsqu'il est parlé d'un seuil de puissance laser
10 pour lequel il y a endommagement, il convient de bien comprendre qu'il s'agit d'un seuil pour lequel la probabilité d'endommagement est supérieure à un seuil prédéterminé. Naturellement selon la certitude de non endommagement que l'on veut avoir, le seuil
15 probabiliste aura une valeur plus ou moins élevée.

REVENDEICATIONS

1) Procédé prédictif de choix d'un procédé de fabrication d'un composant optique destinés à être soumis à des flux lasers, le choix étant destiné à sélectionner parmi plusieurs procédés possibles de fabrication celui qui conduit à des composants ayant de meilleures tenues aux flux laser que ceux obtenus par les autres procédés possibles caractérisé en ce que

a) on effectue un nombre entier N de mesures de cathodoluminescence sur des composants obtenus par un premier des procédés possibles de fabrication alors que le composant reçoit un faisceau électronique ayant une énergie déterminée, une focalisation à la surface du composant déterminée et une intensité déterminée contrôlée par une valeur d'un courant de masse mesurée sur le composant alors qu'il est soumis audit faisceau électronique,

b) on calcule une valeur moyenne de cathodoluminescence sur les N mesures,

c) On recommence les opérations a) et b) sur des composants obtenus par chacun des autres procédés possibles de fabrication,

d) on décide que le procédé de fabrication le plus avantageux est celui pour lequel la valeur moyenne de cathodoluminescence est la plus faible.

2) Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que on recommence les étapes a) à c) pour différentes valeurs d'énergie du faisceau électronique, et en ce qu'on établit un histogramme des valeurs moyennes de cathodoluminescence pour chacune des énergies,

on prend en compte dans le calcul de la valeur moyenne de cathodoluminescence une intégration

des valeurs de cathodoluminescence sur les différentes énergies de faisceaux électroniques.

3) Procédé de contrôle d'un état d'une surface d'un composant optique destinée à être une surface d'incidence d'un faisceau laser, afin de
5 déterminer si ladite surface a une densité de défaut qui est inférieure à une densité de défaut au delà de laquelle le composant optique est susceptible d'être endommagé par soumission à un flux laser présentant une
10 puissance (densité de flux) au plus égale à un seuil prédéterminé pendant une durée maximum prédéterminée, caractérisé en ce que

a) On réalise des échantillons dudit composant optique par un même procédé de fabrication,
15 en particulier en ce qui concerne l'état de ladite surface d'incidence et on les sépare en premiers et seconds échantillons,

b) dans une phase préalable d'étalonnage, on établit sur les premiers échantillons, une
20 corrélation entre valeurs de cathodoluminescence obtenues dans des conditions de tirs électroniques déterminée, et tenue au flux laser des premiers échantillons, cette corrélation permettant de déterminer un ou plusieurs seuils de
25 cathodoluminescence, chaque seuil correspondant à des conditions de tenue des premiers échantillons au flux laser, un composant présentant une valeur de cathodoluminescence inférieure à l'un des seuils étant acceptable pour les conditions de tenue ayant conduit à
30 ce seuil, et rebuté pour ces conditions dans le cas contraire,

c) On mesure la valeur de cathodoluminescence produite sur un second échantillon

par des tirs électroniques effectués dans les mêmes conditions qu'à l'étape b), on accepte le composant pour toutes les conditions de tenue correspondant à des seuils supérieurs à la valeur mesurée, on le rebute
5 pour toutes les conditions de tenue correspondant à des seuils inférieurs à la valeur mesurée.

d) on recommence l'étape c) sur d'autres seconds échantillons sur une base unitaire ou par échantillonnage.

10 4) Procédé selon la revendication 3 caractérisé en ce que pour la réalisation de l'étape b)

b11) On détermine sur des zones des premiers échantillons ayant été soumis à des tirs laser de puissances différentes les unes des autres et sur
15 des zones n'ayant pas été soumises à des tirs, des densités de défauts,

b12) On effectue sur les zones ayant été soumises aux tirs lasers et sur les zones n'y ayant pas été soumises, des tirs de faisceaux électroniques
20 d'intensité contrôlée par une mesure du courant de masse, les différents tirs électroniques ayant une même énergie électronique et une même intensité, et l'on mesure les valeurs de cathodoluminescence,

b13) On trace une droite corrélant la
25 densité de défaut et la valeur de cathodoluminescence,

b14) On détermine à l'aide de la droite et des effets des densités de défauts sur l'aptitude du composant à tenir aux flux laser auxquels il doit être soumis, un seuil ou plusieurs seuils de défaut et
30 corrélativement de seuils de cathodoluminescence au delà duquel le composant doit être rebuté pour une application donnée.

5) Procédé selon la revendication 4 caractérisé en ce que pour la réalisation de l'étape b)

b15) on recommence les étapes b12 et b13 pour différentes valeurs d'énergie du faisceau électronique,

et en ce que à l'étape b14)

on détermine la valeur seuil à partir de la droite de plus forte pente, en valeur absolue.

6) Procédé selon la revendication 3 caractérisé en ce que pour la réalisation de l'étape b)

b21) On soumet une surface d'incidence de premiers échantillons dudit composant optique à des tirs de faisceaux électroniques ayant des énergies différentes et une même intensité connue, l'intensité étant contrôlée par une mesure du courant de masse dudit échantillon soumis au tir dudit faisceaux électronique,

b22) Pendant que chacun desdits composants optiques est soumis au tir du faisceau électronique on mesure, outre le courant de masse pour l'appliquer au contrôle instantané de l'intensité du faisceau électronique, l'intensité de cathodoluminescence dudit composant optique,

b23) On enregistre pour chacun des échantillons traités par un faisceau électronique de même énergie et même intensité la valeur de l'intensité de cathodoluminescence,

b24) On classe les premiers échantillons par ordre croissant de densité de défauts, les échantillons ayant le moins de défauts étant ceux pour lesquels la valeur de l'intensité de cathodoluminescence est la plus faible,

b25) On soumet les premiers échantillons à des flux laser ayant la puissance maximum seuil pour laquelle les composants sont prévus, et pour une durée égale à la durée maximum pendant laquelle les composants optiques doivent recevoir ce flux sans subir de dommage,

b26) on relève les N intensités de cathodoluminescence les plus élevées des composants soumis au flux à l'étape b25) et qui n'ont pas subi de dommages et on décide qu'une intensité de cathodoluminescence maximum calculée à partir d'une combinaison linéaire de ces N intensités de cathodoluminescence est l'intensité de cathodoluminescence maximum mesurée acceptable pour lesdits composants optiques.

1 / 3

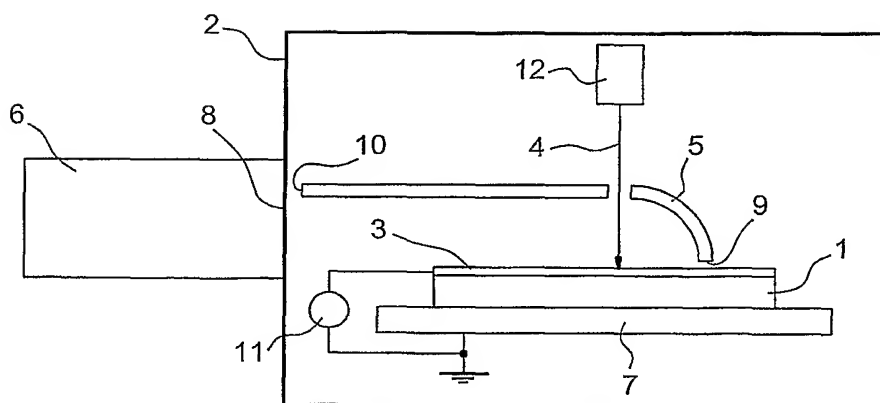
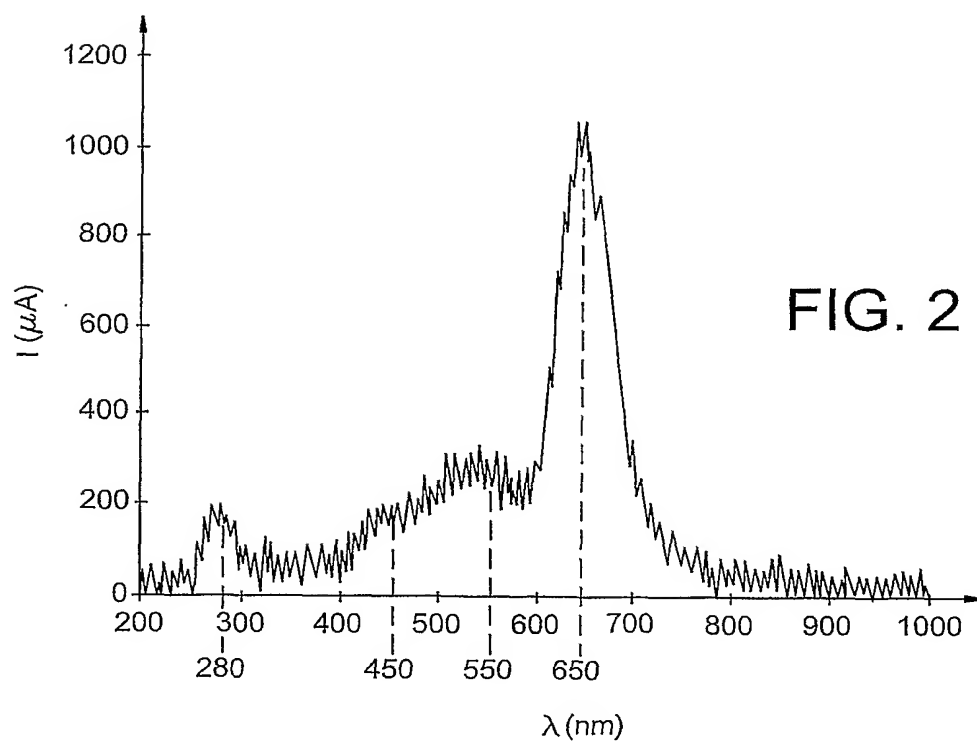
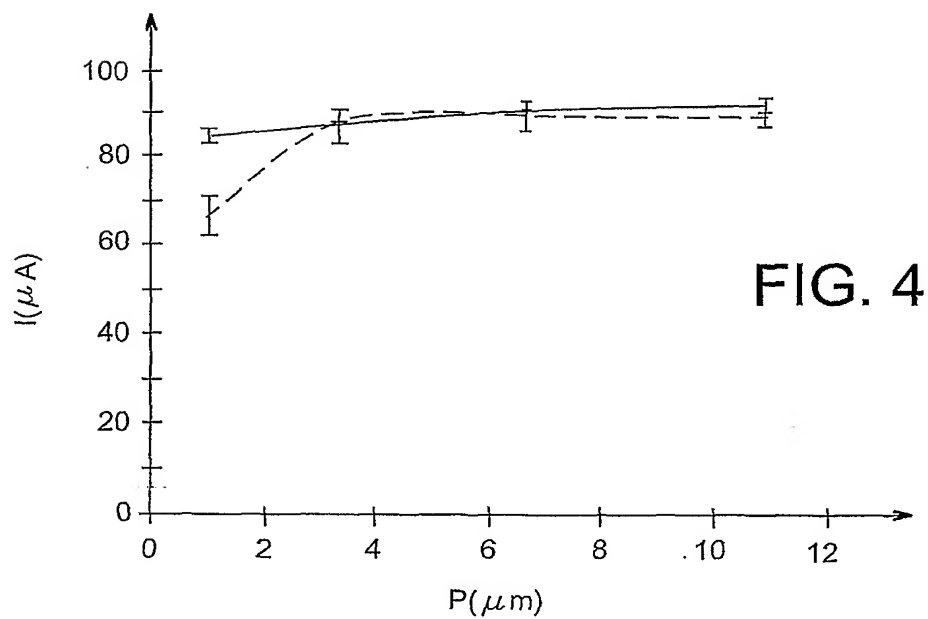
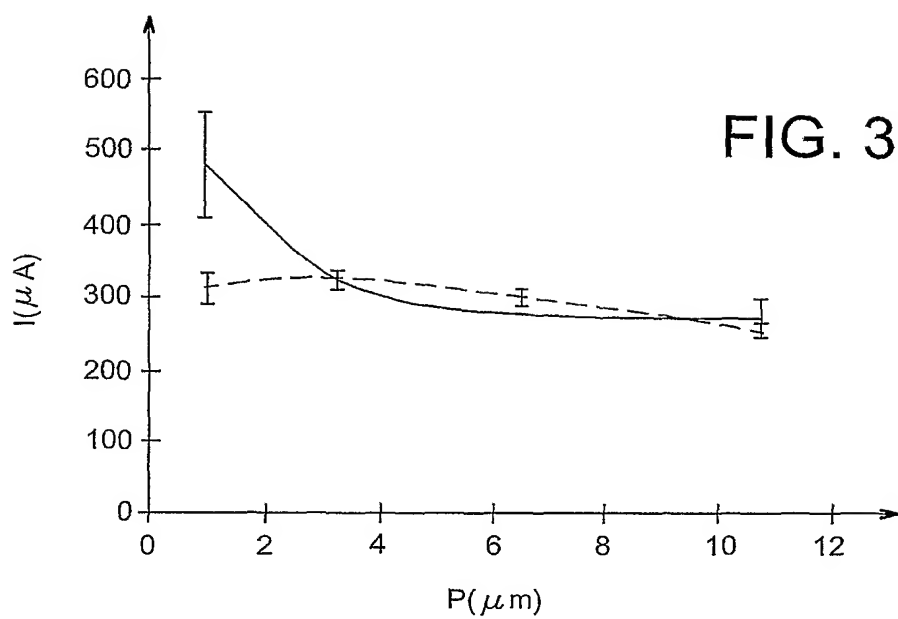


FIG. 1



2 / 3



3 / 3

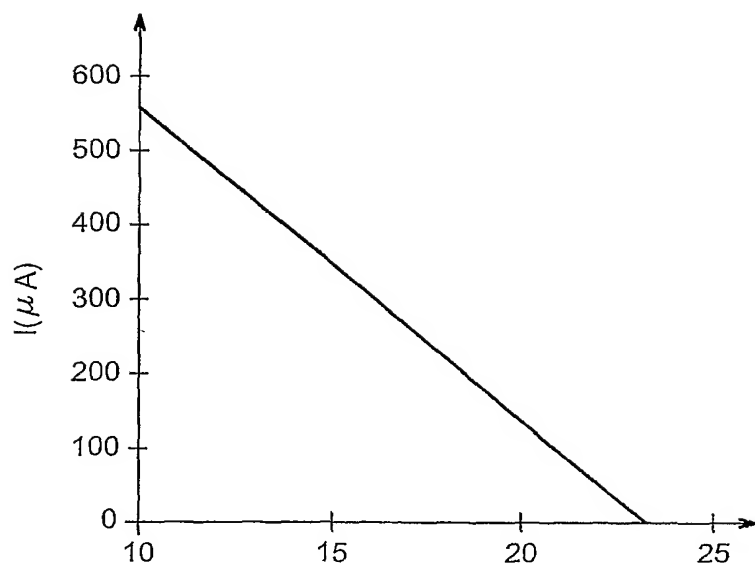


FIG. 5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 03/50140

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 G01M11/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 G01M

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, INSPEC

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	BIGARRE J ET AL: "Trapping of electrical charges and laser damage" PROC. SPIE - INT. SOC. OPT. ENG. (USA), PROCEEDINGS OF THE SPIE - THE INTERNATIONAL SOCIETY FOR OPTICAL ENGINEERING, 2003, SPIE-INT. SOC. OPT. ENG, USA, vol. 4932, May 2003 (2003-05), pages 258-267, XP002289327 ISSN: 0277-786X	1,2
A	the whole document ----- -/--	3-6

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☐ Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

21 July 2004

Date of mailing of the international search report

06.04.05

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Barthélemy, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 03/50140

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>KOZLOWSKI M R, BATTERSBY C L, DEMOS S G: "Luminescence Investigation of SiO₂ Surfaces Damaged by 0.35 mm Laser Illumination" SPIE, vol. 3902, 2000, pages 138-144, XP002289328 abstract page 138 - page 139</p> <p>-----</p>	1-3
A	<p>GOLDBERG M, TRUKHIN A, FITTING H-J: "Dose effects of cathodoluminescence in SiO₂ layers on Si" MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING B, vol. 42, 1996, pages 293-296, XP002289329 abstract page 293 - page 294 figures 1,2</p> <p>-----</p>	1,3
A	<p>STEVENS KALCEFF M A: "Cathodoluminescence microcharacterization of the defect structure of irradiated hydrated and anhydrous fused silicon dioxide" PHYSICAL REVIEW B, vol. 57, no. 10, 1 March 1998 (1998-03-01), pages 5674-5683, XP002289330 abstract page 5674 figure 1</p> <p>-----</p>	1,3
A	<p>REICHLING M: "Nanosecond UV laser pulse interactions with dielectric single crystals" PROC. SPIE - INT. SOC. OPT. ENG. (USA), PROCEEDINGS OF THE SPIE - THE INTERNATIONAL SOCIETY FOR OPTICAL ENGINEERING, 1998, SPIE-INT. SOC. OPT. ENG, USA, vol. 3274, 1998, pages 2-9, XP002289331 ISSN: 0277-786X abstract page 2</p> <p>-----</p>	1,3

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/FR 03/50140

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

CIB 7 G01M11/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 G01M

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, INSPEC

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	BIGARRE J ET AL: "Trapping of electrical charges and laser damage" PROC. SPIE - INT. SOC. OPT. ENG. (USA), PROCEEDINGS OF THE SPIE - THE INTERNATIONAL SOCIETY FOR OPTICAL ENGINEERING, 2003, SPIE-INT. SOC. OPT. ENG, USA, vol. 4932, mai 2003 (2003-05), pages 258-267, XP002289327 ISSN: 0277-786X	1,2
A	le document en entier ----- -/--	3-6

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☐ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

21 juillet 2004

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

06.04.05

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Barthélemy, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No
PCT/FR 03/50140

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>KOZLOWSKI M R, BATTERSBY C L, DEMOS S G: "Luminescence Investigation of SiO₂ Surfaces Damaged by 0.35 mm Laser Illumination" SPIE, vol. 3902, 2000, pages 138-144, XP002289328 abrégé page 138 - page 139</p> <p>-----</p>	1-3
A	<p>GOLDBERG M, TRUKHIN A, FITTING H-J: "Dose effects of cathodoluminescence in SiO₂ layers on Si" MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING B, vol. 42, 1996, pages 293-296, XP002289329 abrégé page 293 - page 294 figures 1,2</p> <p>-----</p>	1,3
A	<p>STEVENS KALCEFF M A: "Cathodoluminescence microcharacterization of the defect structure of irradiated hydrated and anhydrous fused silicon dioxide" PHYSICAL REVIEW B, vol. 57, no. 10, 1 mars 1998 (1998-03-01), pages 5674-5683, XP002289330 abrégé page 5674 figure 1</p> <p>-----</p>	1,3
A	<p>REICHLING M: "Nanosecond UV laser pulse interactions with dielectric single crystals" PROC. SPIE - INT. SOC. OPT. ENG. (USA), PROCEEDINGS OF THE SPIE - THE INTERNATIONAL SOCIETY FOR OPTICAL ENGINEERING, 1998, SPIE-INT. SOC. OPT. ENG, USA, vol. 3274, 1998, pages 2-9, XP002289331 ISSN: 0277-786X abrégé page 2</p> <p>-----</p>	1,3